

Список літератури: **1.** *Heeger Alan J.* Semiconduction and Metallic Polymer: The Fourth Generation of Polymeric Materials / *Alan J. Heeger* // The Journal of physical chemistry. – 2001. – V. B105, N 36. – P. 8475 – 8491. **2.** *MacDiarmid Alan G.* “Syntethetic metals”: a novel role for organic polymers / *Alan G. MacDiarmid* // Current Applied Physics. – 2001. – P. 269 – 279. **3.** *Heinze J.* Conductivity of Conductive Polymers During Electrochemical Charging / *J. Heinze* // International Workshop on Electrochemistry of electroactive materials, (Poland, Szczyrk, 14-19 July 2009). – P. 22. **4.** *Katashinskii A.S.* An Influence of the Monovalent Dopants on the Electronic Structure and Properties of Polyaniline / [A.S. Katashinskii, V.Z. Barsukov, V.G. Khomenko, K.V. Lykhnytsky] // International Workshop on Electrochemistry of electroactive materials, (Poland, Szczyrk, 14-19 July 2009). – P. 64. **5.** *Zhao B.* Interactions between polyaniline and viologens / [B. Zhao, K.G. Neon, F.T. Liu and etc.] // Synthetic Metals. – 2001. – V. 123. – P. 263 – 266. **6.** *Дорфман Я.А.* Жидкофазный катализ (орбитальное рассмотрение) / *Я.А. Дорфман*. – Алма-Ата: Наука КазССР, 1981. – 364 с.

Надійшла до редколегії 12.11.2009

УДК 541.124.16:665.664:66.040.2

Г.І. ГРИНЬ, докт. техн. наук, **П.А. КОЗУБ**, канд. техн. наук,
Г.М. СИНИЦЬКА, канд. техн. наук, **Т.А.ДОВБІЙ**, аспірант,
НТУ «ХПИ», **Н.М. ТКАЧУК**, канд. техн. наук, ХНМУ

ВДОСКОНАЛЕННЯ ПРОЦЕСУ ГАЗОФАЗНОГО ОКИСНЕННЯ АЛМАЗОГРАФІТОВОЇ СУМІШІ У ВИРОБНИЦТВІ СИНТЕТИЧНИХ АЛМАЗІВ

Проведено дослідно-промислові випробування роботи реактору газофазного окиснення алмазографітової суміші. Досліджено температурні та гідродинамічні параметри роботи реакторів, що мають різні конструктивні ознаки. Обрано конструкцію реактора, що дозволяє здійснювати розділення алмазографітової суміші з оптимальними витратами реактивів, повітря та енергоресурсів.

Researches of work of a reactor of process of oxidation process are carried out. Temperature and hydrodynamic parameters of work of reactors of a different design are investigated. The construction for separation of diamond-graphite mixture with the optimum expense of reactants, air and power resources are chosen.

Вступ. Від наукової ідеї до втілення її у виробництво необхідно провести велику кількість аналізів, розрахунків та інших складних досліджень, серед яких одним з найважливіших є перехід від теорії та експерименту до

промислового випуску продукції, що здійснюється за допомогою дослідно-промислових випробувань. Синтез штучних алмазів відноситься до малотоннажних виробництв, при проектуванні яких зазвичай не виникає багато труднощів при цьому переході, але воно має особливості, котрі потребують особливої уваги.

Авторами раніше були проведені лабораторні дослідження процесу газофазного окиснення алмазографітової суміші та встановлені оптимальні параметри, за яких досягнені найменші втрати синтетичних алмазів та найбільший ступінь очистки [1 – 3]. Крім того, в ході досліджень було виявлено, що великий вплив на процес мають зміни температури шару алмазографітової суміші та кількість кисню в зоні реакції, тому збільшення об'єму може призвести до зниження продуктивності процесу, що небажано для виробництва [4].

Метою роботи є розробка конструкції реактору окиснювального обпалу алмазографітової суміші та проведення дослідно-промислових випробувань стадії очистки синтетичних алмазів від графіту для усунення основних недоліків, які виникають при переході від лабораторних досліджень до промислового випуску продукції, що дозволить отримати якісний продукт та забезпечить потужність виробництва 25 млн. карат/рік.

Основна частина. При збільшенні об'єму матеріалу, який перероблюється, можливе неконтрольоване підвищення температури шару, а це негативно впливає на процес оскільки при температурі більше 1023 К відбуваються втрати синтетичних алмазів та підвищується ризик виходу з ладу обладнання [4]. Тому, було запропоновано використовувати реактор поличного типу з підігрівом повітря за межами реакційної зони. Для регулювання температури шару використовували перемішування та зміну положення лотків (поворот на 180° в горизонтальній площині), що дозволило забезпечити необхідну потужність 1000 карат/год за умов підтримання оптимальної висоти шару алмазографітової суміші 6 – 8 мм.

Після переробки пробної партії алмазографітової суміші було встановлено основні недоліки процесу окиснення в реакторі даного типу, а саме – нерівномірне нагрівання матеріалу в лотках та неможливість підтримання постійної температури в зоні реакції.

З метою усунення цих недоліків було запропоновано технологічне рішення, що полягало у використанні променевого нагріву. Нагрівальні елементи розташовувались безпосередньо над шаром алмазографітової суміші, за-

вдяки чому здійснювався цілеспрямований нагрів матеріалу, минаючи витрати тепла в навколишнє середовище. Слід зазначити, що алмаз є прозорим до ІЧ-випромінювання, під дією якого нагрівається лише графіт, а алмаз – за рахунок тепловіддачі часток графіту. Це призводить до того, що реакція окиснення графіту перебігає з більшою швидкістю, знижується перегрів шару алмазграфітової суміші, який відбувається за рахунок екзотермічних реакцій, та зменшуються втрати синтетичних алмазів.

У реакторі цієї конструкції було оброблено 3000 карат синтетичних алмазів, регулювання температури проводили як за рахунок зміни положення лотків та перемішування матеріалу, так і за рахунок зміни кількості тепла, що подавали в зону реакції. Але аналіз температурного режиму на одній із полок показав, що він не є ідеальним оскільки температура шару алмазграфітової суміші перші 40 хвилин підвищувалась до 973 К, а потім, за рахунок зменшення вмісту графіту в суміші, знижувалась нижче 773 К (рис. 1 а). Такі зміни температури негативно впливають на техніко-економічні показники процесу, тому що за умов перегріву мають місце втрати синтетичних алмазів, а при низьких температурах – зменшується швидкість окиснення графіту і знижується продуктивність виробництва.

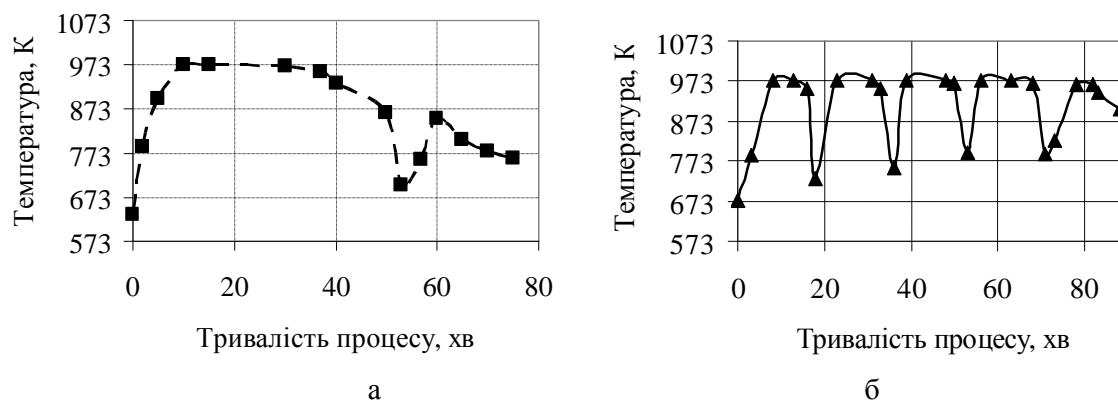


Рис. 1. Залежність температури у шарі алмазграфітової суміші від тривалості процесу окиснення: а – положення лотків не змінювали; б – знизу додавали один лоток з новою алмазграфітовою сумішшю

Для підтримання стабільності процесу запропоновано проводити випал зі зміною положення лотків: на нижню полку поміщати лоток з новою сировиною, а частково окиснену суміш перемішувати та переміщати на верхню полку. Такий спосіб завантаження забезпечив постійну температуру близько 973 К у шарі алмазграфітової суміші на середніх полках (рис. 1 б). Змен-

шення температури до 773 К (рис. 1 б) відбувається тільки тоді, коли лотки вилучають з реактору для перемішування алмазграфітової суміші та зміни їх положення.

Наведена конструкція дозволяє ефективно перероблювати алмазграфітову суміш на середніх полках, але окиснення графіту на верхній і нижній полках відбувалося не повністю, тому реактор для окиснення графіту було модернізовано таким чином, щоб отримати максимальну кількість полок, на яких тримався стабільний тепловий режим, і при цьому не порушувався гідродинамічний режим подачі повітря.

На кожній полці було встановлено датчики температури, які дозволили з'ясувати причину нерівномірності теплового режиму (рис. 2). На першу полку поступає холодне повітря, що охолоджує шар, а на восьму полку подається газ, насичений вуглець (IV) оксидом та збіднений киснем. Для збагачення газу киснем у верхній частині реактору необхідна додаткова подача байпасного повітря та організації особливого гідродинамічного режиму.

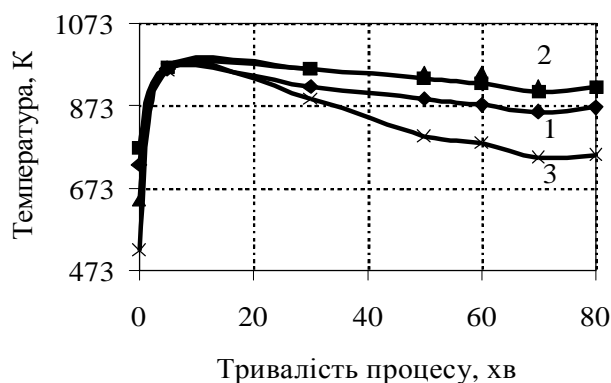


Рис. 2. Залежність температури у шарі алмазграфітової суміші від тривалості процесу окиснення:

1 – 1 полка; 2 – 2 – 7 полка; 3 – 8 полка

Тому було створено реактор з променевим нагрівом і паралельним рухом повітря, напрямок якого регулювали за допомогою перемичок між полками та додаткових отворів у реакторі для випалу (рис. 3). Зверху реактора на виході відпрацьованих газів було встановлено вентилятор. Оскільки відпрацьовані гази вміщують частки графіту та синтетичних алмазів, що може призвести до швидкого стирання частин вентилятора, які рухаються, було запропоновано використовувати повітроструминний насос типу «труба в трубі».

Для інтенсифікації процесу окиснення графіту на верхній полці кришка

реактору була оздоблена додатковим шаром теплоізоляційного матеріалу (рис. 3), що дозволило підвищити ступінь розділення алмазографітової суміші на восьмій полиці на 5 %, а також зменшити витрати електроенергії в 1,5 – 2 рази.

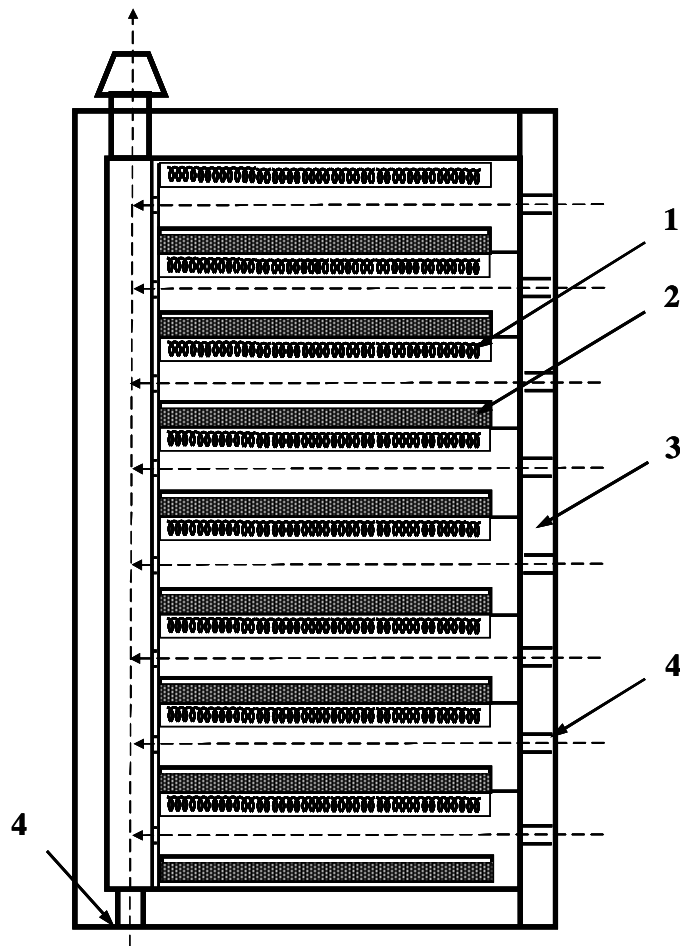


Рис. 3. Реактор з променевим нагрівом шару алмазографітової суміші та паралельним рухом повітря:

- 1 – променевий нагрів; 2 – полка для лотка з алмазографітовою сумішшю;
3 – дверцята реактору; 4 – отвори для подачі повітря.

Стінки окислювальних реакторів для зниження втрат тепла в навколишнє середовище зазвичай футерують вогнетривкою керамікою, але за рахунок ерозії абразивними частинками в алмазографітову суміші можуть потрапляти частинки цього матеріалу. Через це внутрішні стінки реактору було виготовлено з легированої сталі X18H10T та футеровано вогнетривкою керамікою. Лотки також було вироблено із сталі X18H10T, яка витримує тривалий підігрів до температури 973 К.

Висновки.

Запропоновані технологічні рішення дозволили розробити конструкцію реактора, що враховує особливості процесу збагачення алмазографітової суміші, такі як променевий нагрів шару, автоматичне регулювання температури, послідовно-паралельний рух повітря в реакторі та оптимальну кількість полок.

За цих умов забезпечується рівномірний нагрів шару в окремих полках, підвищення на 10 % ступеню окиснення графіту, зниження на 20 % енергоспоживання за рахунок скорочення часу, необхідного на підігрів шару до температури, за якої починається процес окиснення графіту.

Дослідження процесів окиснення графіту у реакторі при виробництві дослідно-промислової партії синтетичних алмазів (800 000 карат) дозволило з'ясувати оптимальні режими та встановити, що для більш ефективного випалу необхідно перемішувати шар алмазографітової суміші, при цьому його оптимальна висота становить 6 – 8 мм, а процес випалу необхідно проводити протягом 80 хвилин.

Список літератури: 1. *Гринь Г.И.* Исследование процесса газофазного окисления графита и алмаза / *Г.И. Гринь, П. А. Козуб, А.М. Сеницкая* // Вісник НТУ «ХПІ». – 2003. – № 11, Т. 1. – С. 49 – 52. 2. *Козуб П.А.* Термодинамический анализ систем $V - C - O$ и $Mo - C - O$ / *П.А. Козуб, Г.И. Гринь, А.М. Сеницкая, Т.В. Федорченко* // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2006. – № 6. – С. 51 – 56. 3. *Козуб П.А.* Изучение влияния соединений молибдена и ванадия на процесс термического окисления алмазографитовой шихты термогравиметрическим методом / *П.А. Козуб, Г.И. Гринь, А.М. Сеницкая, Л.В. Мухина* // Вопросы химии и химической технологии. – 2007. – № 1. – С. 47 – 50. 4. *Козуб П.А.* Исследование теплового режима газофазного окисления алмазно-графитовой смеси / *П.А. Козуб, Г.И. Гринь, А. М. Сеницкая* // Інтегровані технології та енергозбереження. – 2005. – № 1. – С. 45 – 51. 5. *Козуб П.А.* Опытнo-промышленные исследования технологии газофазного окисления графита: тези доповідей ІІІ Укр. наук.-техніч. конференція з технології неорганічних речовин [«Сучасні проблеми технології неорганічних речовин»] / *П.А. Козуб, А.М. Сеницкая, Г.И. Гринь*, (Дніпропетровськ, 20-22 вересня 2006 р.). – Дніпропетровськ: УДХТУ, 2006. – С. 350.

Надійшла до редколегії 11.10.09